

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-330971
 (43)Date of publication of application : 15.12.1998

(51)Int.Cl.

C23F 4/00
 H01L 21/205
 // C23C 14/00

(21)Application number : 09-157351
 (22)Date of filing : 02.06.1997

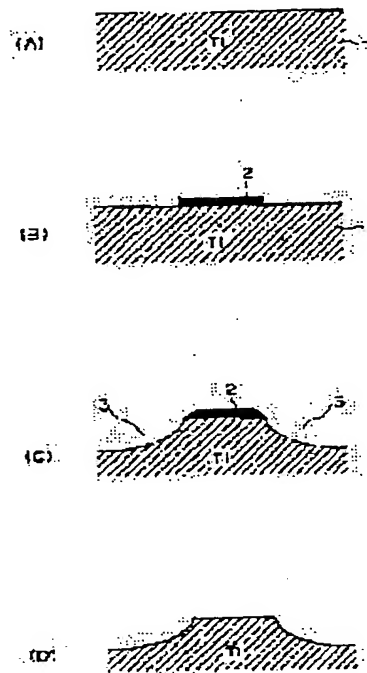
(71)Applicant : JAPAN ENERGY CORP
 (72)Inventor : OHASHI TAKEO
 FUKUSHIMA ATSUSHI
 TAKAHASHI HIDEYUKI

(54) PRODUCTION OF MEMBER FOR THIN FILM FORMING APPARATUS AND MEMBER FOR THE APPARATUS

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To effectively prevent the peeling of the deposits formed on the inside surfaces of a thin film forming apparatus and the surfaces of the apparatus members existing in the apparatus and to suppress the generation of particles without contaminating the inside of the thin film forming apparatus by forming plural pieces of ruggedness by an etching method on the inside walls of the thin film forming apparatus or part of the surfaces of the members existing in the apparatus or the parts of the entire surface where unnecessary thin films deposit.

SOLUTION: A resist material 2 of a photosetting type is uniformly applied on the surface to be roughened of the material 1 to be treated which is made of, for example, Ti. The parts of the thin resist material 2 desired to be cured are then irradiated with light and are thereby cured. An etching material, such as aq. acidic soln. or alkaline or reactive gas, is then selected according to the resist material 2 of the uncured parts and the material 1 to be treated which is coated with the resist material 2 is placed in a selected etching atmosphere. The parts exclusive of the places where the resist material 2 remain are etched, by which the ruggedness is formed on the surface. The center line surface roughness of the processed surface is preferably ($<$)5 to 100 μm , the spacings of the ruggedness is constant and the recessed parts or projecting parts are preferably 1 to 10000 pieces/ mm^2 .



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]	22.07.1999
[Date of sending the examiner's decision of rejection]	24.12.2002
[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]	
[Date of final disposal for application]	
[Patent number]	3449459
[Date of registration]	11.07.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2003-01240

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 21.01.2003

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-330971

(43) 公開日 平成10年(1998)12月15日

(51) IntCl⁴
C 2 3 F 4/00
H 0 1 L 21/205
// C 2 3 C 14/00

識別記号

F I
C 2 3 F 4/00 A
H 0 1 L 21/205
C 2 3 C 14/00 B

審査請求 未請求 請求項の数 6 F D (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平9-157351

(22) 出願日 平成9年(1997)6月2日

(71) 出願人 000231109

株式会社ジャパンエナジー
東京都港区虎ノ門二丁目10番1号

(72) 発明者 大橋 建夫

茨城県北茨城市華川町白場187番地4 株
式会社ジャパンエナジー磯原工場内

(72) 発明者 福岡 篤志

茨城県北茨城市華川町白場187番地4 株
式会社ジャパンエナジー磯原工場内

(72) 発明者 高橋 秀行

茨城県北茨城市華川町白場187番地4 株
式会社ジャパンエナジー磯原工場内

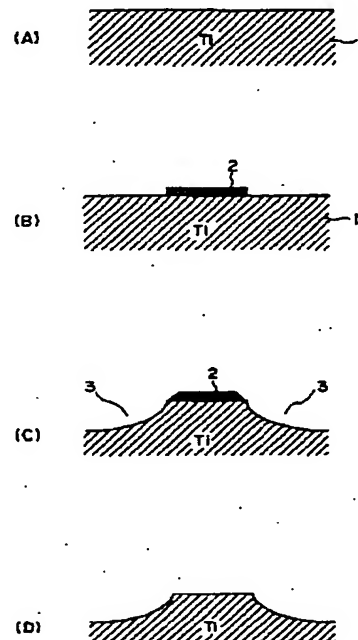
(74) 代理人 弁理士 小越 勇 (外1名)

(54) 【発明の名称】 薄膜形成装置用部材の製造方法および該装置用部材

(57) 【要約】

【課題】 薄膜形成装置の内部を汚染させることなく、薄膜形成装置の内壁や装置の内部にある機器部材の表面に形成された堆積物の剥離を防止し、パーティクルの発生を抑制する技術の提供。

【解決手段】 薄膜形成装置の内壁や装置の内部にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分に、複数の凹凸が形成されるようにマスキングし、次にこれをエッチング加工した後、マスキングを除去することにより形成した複数の凹凸を備える薄膜形成装置用部材の製造方法および薄膜形成装置用部材。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分に、複数の凹凸が形成されるようにマスキングし、次にこれをエッチング加工した後、前記マスキングを除去して複数の凹凸を形成することを特徴とする薄膜形成装置用部材の製造方法。

【請求項2】 薄膜形成装置内にある部材の一部の面または全面におけるエッチング加工により形成された凹凸部のエッチング加工面の中心線表面粗さ(Ra)が5～100(未満)μmである複数の凹部または凸部を備えていることを特徴とする薄膜形成装置用部材。

【請求項3】 凹凸の間隔が一定であり、規則的に配列されていることを特徴とする請求項2に記載する薄膜形成装置用部材。

【請求項4】 エッチング加工面に、単位面積(1平方mm)当たり1～100000個の凹部または凸部が形成されていることを特徴とする請求項2または3のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材。

【請求項5】 個々の凹部の孔の平均径または凸部の平坦な頂部の面の平均径が3～1000μmであることを特徴とする請求項2～4のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材。

【請求項6】 薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分の部材が、金属または合金から構成され、該金属または合金部材のEPMMA分析による酸素、窒素および炭素などのガス成分元素を除く汚染物質元素の検出面積の和が単位面積当たり0.1%未満であることを特徴とする薄膜形成装置用部材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、成膜中にパーティクルの発生が少ない薄膜形成装置用部材の製造方法および同装置用部材に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、集積回路の電極や拡散バリア用薄膜、磁気記録媒体用磁性薄膜、液晶表示装置のITO透明導電膜などの多くに気相成長による薄膜形成技術が使用されている。特に、気相成長法の一つであるスパッタリング法は上記のような広範囲な材料に適用でき、また薄膜形成の制御が比較的容易であることから広く利用されている。このスパッタリング法は周知のように、荷電粒子によりスパッタリングターゲットを衝撃し、その衝撃力により該ターゲットからそれを構成する物質の粒子をたたき出し、これをターゲットに対向させて配置した、例えばウエハ等の基板に付着させて薄膜を形成する成膜法である。

【0003】ところで、上記のようなスパッタリングなどの気相成長による薄膜の形成に際し、パーティクルの

発生という問題が大きく取り上げられるようになってきた。このパーティクルはたとえばスパッタリング法においてターゲット起因の物について説明すると、ターゲットをスパッタリングした場合、薄膜は基板以外に薄膜形成装置の内壁や内部にある部材などいたるところに堆積する。そして該薄膜形成装置内にある部材等から剥離した薄片が直接基板表面に飛散して付着することがパーティクル発生の一要因であると考えられている。この他ターゲット表面にはターゲット側面や薄膜形成装置内にある部材等から剥離した薄片が核となって発生すると考えられているノジュールと呼ばれる異物が直径数μm程度に成長する。そしてこのようなノジュールはある程度成長した時点で破砕し、基板表面に飛散して付着することがパーティクル発生の一要因であると考えられている。そして、上記のようなパーティクルが基板上の細い配線などに堆積すると、例えばLSIの場合は配線の短絡や逆に断線を引き起こすなどの問題を生ずる。

【0004】最近では、LSI半導体デバイスが集積度が上がる(16Mビット、64Mビットさらには254Mビット等)一方、配線幅(ルール)が0.25μm以下になるなどより微細化されつつあるので、上記のようなパーティクルによる配線の断線や短絡等といった問題がより頻発するようになった。このように電子デバイス回路の高集積度化や微細化が進むにつれてパーティクルの発生は一層大きな問題となってきたのである。

【0005】上記に述べたようにパーティクル発生の原因の一つとして薄膜形成装置の内壁や内部に存在する部材の、本来ならば膜の形成が不要である部分への薄膜の堆積の問題が大きく上げられる。具体的には基板の周辺部、シールド、バックングプレート、シャッター、ターゲットおよびこれらの支持具などへの堆積である。

【0006】上記のように、不必要な薄膜の堆積があったところから、この膜が剥離、飛散しパーティクルの発生原因となるので、これらの堆積物が厚くなり、剥離する前に薄膜形成装置の内壁や基板の周辺部、シールド、バックングプレート、シャッター、ターゲットおよびこれらの支持具などを定期的にクリーニングするかまたは交換する手法がとられた。また、多量に堆積する部材(機器)の部位には一旦付着した薄膜が再び剥離、飛散しないように、金属溶射皮膜を形成したり(特開昭61-56277号、特開平8-176816号参照)、ブラスト処理などの物理的な表面粗化処理を施して堆積物を捕獲しておくという手段がとられた(特開昭62-142758号参照)。

【0007】さらにまた、上記のような作業は薄膜形成の作業能率を低下させる原因と考えられたので、堆積物が剥離、飛散しないように捕獲する防着板という取り外し可能な板が考案され、さらにこの板の熱膨張係数を変えたり、板の表面にサンドブラスト処理やヘヤライン処理をするなどの工夫がなされた(特開昭63-1628

61号、特開平2-285067号、特開平3-138354号参照)。これらの中では、特別な表面処理を施した、いわゆるパーティクルゲッター(商標名)が当時の技術の中ではパーティクルの発生を効果的に防止する画期的なもの(特開平1-316456号、特開平3-87357号参照)であった。

【0008】しかしながら、最近では上記のように配線ルールの微細化によりコンタクトホールやビアホールのアスペクト比が3以上と大きくなり、その結果、従来のスパッタリング方式ではこれらのホールの穴埋めが困難になってきた。このためコリメーションスパッタリング、ロングスローなどの高い指向性のスパッタリングが登場し、これらのスパッタリングでは投入電力が従来の2倍以上という大電力である。このためスパッタリング時に形成されるプラズマの密度およびその広がりが増大し、プラズマ近傍に位置するシールド、コリメーター、ターゲットなどは薄膜の堆積と同時にこれらの表面層もスパッタリングされるようになった。

【0009】上記の堆積物が剥離、飛散しないように捕獲しておく手段として装置の内壁や機器に直接あるいは防着板の上に、金属溶射皮膜やプラスト処理を施したものは、金属溶射皮膜についてはそれ自体が、またプラスト処理が施されたものについては部材に残存するプラスト材が、特にスパッタリング開始初期にスパッタリングされ、スパッタリング装置内部全体を汚染させてしまうという問題を生じた。また上記の防着板単独の場合でもそれ自体が厚みを有するので、取り付け箇所には限界があるし、また上記のようにスパッタリング投入パワーが著しく増大した場合には、金属溶射皮膜やプラスト処理材と同様の問題を生じた。

【0010】このように、パーティクル発生は依然として存在し、またパーティクルの発生を防止しようとして採用された金属溶射皮膜やプラスト処理などの手段あるいはこれらを施した防着板などはかえって薄膜の汚染の原因になるという極めて重要な問題を発生した。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】このようなことから、本発明は、薄膜形成装置内部を汚染させることなく、薄膜形成装置の内壁や装置の内部にある機器部材表面に形成された堆積物の剥離を効果的に防止し、パーティクルの発生を抑制する薄膜形成装置用部材の製造方法および同装置用部材を提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明は、

1 薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分に、複数の凹凸が形成されるようにマスキングし、次にこれをエッチング加工した後、前記マスキングを除去して複数の凹凸を形成することを特徴とする薄膜形成装置用部材の製造方法

2 薄膜形成装置内にある部材の一部の面または全面におけるエッチング加工により形成された凹凸部のエッチング加工面の中心線表面粗さ(Ra)が5~100(未満)μmである複数の凹部または凸部を備えていることを特徴とする薄膜形成装置用部材

3 凹凸の間隔が一定であり、規則的に配列されていることを特徴とする上記2に記載する薄膜形成装置用部材

4 エッチング加工面に、単位面積(1平方mm)当たり1~100000個の凹部または凸部が形成されていることを特徴とする上記2または3のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材

5 個々の凹部の孔の平均径または凸部の平坦な頂部の面の平均径が3~1000μmであることを特徴とする上記2~4のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材

6 薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分の部材が、金属または合金から構成され、該金属または合金部材のEPM分析による酸素、窒素および炭素などのガス成分元素を除く汚染物質元素の検出面積の和が単位面積当たり0.1%未満であることを特徴とする薄膜形成装置用部材を提供する。

【0013】

【発明の実施の形態】本発明者らは、上記目的を達成すべく鋭意研究を行った結果、次のような知見が得られた。すなわち、従来の金属溶射皮膜は被溶射物に密着し易く、かつスパッタリングによる堆積物の応力を吸収できるニッケルやアルミニウムなどの比較的軟質の金属が用いられるが、いずれの溶射用金属原料も純度が2N程度とレベルが低いいため薄膜形成装置用部材などに溶射した場合、そのまま汚染につながる。またプラスト処理では、通常使用されるアルミナや炭化珪素などのプラスト材の形状が魁状または針状のため被プラスト材に食い込み、表面に残存することが分かった。そして、このような異物は薄膜形成の初期にスパッタリングされ、薄膜形成装置内を広く汚染し、最悪の場合には基板上のスパッタリング薄膜すらも汚染してしまうということになる。

【0014】そこで、上記の問題を解決するため、汚染のない表面粗化を実現するため、従来の物理的な方法による表面粗化方法ではなく、化学的な方法としてエッチング処理を試みた。結果として、エッチングにより表面の清浄度を保ち、かつ表面を粗化させることで十分な堆積物の密着強度が達成可能であることが判明した。

【0015】加えて、単に表面全体をエッチング加工するのではなく、表面の一部をマスキングしてエッチングすることにより、エッチングされる部位及び深さをコントロールすることで最適な表面の粗さ状態を実現し、エッチング後の洗浄でマスキング材を除去することで表面の清浄度を保ち、単に表面全体をエッチングする以上の

堆積物の密着強度が達成可能であることも判明した。

【0016】このように薄膜形成装置の内壁や装置の内部に配置されている機器（部材）をエッチング加工して凹凸を形成し、これにより部材などに堆積した薄膜の剥離、飛散を防止して、パーティクルの発生を防止しようとする発想は今まで全く存在せず、斬新で大きな効果が上げられることが判明した。

【0017】エッチング加工により薄膜形成装置の内壁や装置の内部に配置されている機器（部材）に形成した凹凸は、表面積を著しく増加させ、単位面積当たりの堆積量を減少させ、また堆積量の増大に伴う内部応力の上昇を抑制して堆積物の亀裂および剥離を著しく低減させることができる。

【0018】エッチング加工により形成された凹凸部のエッチング加工面の中心線表面粗さ（ R_a ）を5～100（未満） μm としたのは、表面積を著しく増加させ、堆積物に対する凹部または凸部のアンカー効果による密着力を十分に持たせるためである。この密着力は5 μm 未満では不十分であること、他方100 μm 以上であるとプラズマ側に向いた凹部または凸部の側面にのみ集中して薄膜が堆積し、逆に反対の面では堆積量が少なくなるかまたは全く堆積しなくなる。このような場合には、全体としては不均一な堆積となり凹部または凸部のアンカー効果が有効に働かず、剥離が生じやすいためである。

【0019】上記からも明らかなように、凹部または凸部のアンカー効果による密着力をより十分に持たせるためには、エッチング加工により形成された凹凸の間隔が一定であり、規則的に配列されていることが望ましい。このようにすることにより、薄膜の堆積が均一となる可能性を増加させ、アンカー効果による密着力を効果的に発揮させることができる。

【0020】前記のマスキングおよびエッチング加工により表面粗化された面は清浄面であり、副次的な作用として堆積物と被処理面との界面に汚染層がないので、従来のプラストによる粗化处理よりも密着性が向上していることが判明した。

【0021】マスキング材としては当然のことながら耐エッチング性があるもので、かつエッチング加工後の洗浄で容易に除去できるものであればよく、特に限定する必要はない。一例として、例えば一般に電子回路を形成するために使用する光硬化型のレジストを使用することができる。図1にその例を示す。（A）は処理前の被処理材の断面、（B）は被処理材の表面にレジストを塗布した断面、（C）はエッチング加工を施して被処理材の一部を除去した断面、（D）はエッチング加工後レジストを除去した被処理材の断面を示すそれぞれの概略説明図であり、（A）～（D）に工程順に配列したものである。

【0022】この図1に示すように、例えばチタン（T

i）製の被処理材1に光硬化型のレジスト2を粗化する面に均一に塗布し、次いで硬化させたいレジストの部位に光を当てて硬化させる。その後、硬化させなかった部位のレジスト2を洗浄除去する。次に、下地の素材すなわち被処理材1とレジスト材2に応じて、酸性水溶液もしくはアルカリ水溶液または反応性ガスなどのエッチング材を選択する。そしてレジスト材2を塗布した被処理材1を前記選択したエッチング雰囲気置き、レジスト2が残存する場所以外をエッチング加工3して表面に凹凸を形成する。表面の粗化の状態はマスキングする部位の個々のサイズと単位面積当たりの凹部または凸部の数および使用するエッチング加工材の組成および反応時間により調整する。図2に被処理材にエッチング加工により凹凸を形成した平面（A）および断面（B）の模式図（写真を模写したもの）を示す。この図2に示すように、エッチング加工により形成した凹凸は、間隔が一定であり規則的に配列されている。

【0023】薄膜形成装置の内壁または装置内部にある部材の不要な薄膜の堆積を生ずる部分の部材を構成する材料には純度の高い金属または合金材を使用する。したがって、上記のように従来行なわれていた純度の低い溶射皮膜やプラスト処理によって残存するアルミナや炭化珪素などの汚染物質は存在しないことが必要である。このようなことから、EPMA（Electron Probe MicroAnalyzer）分析によって得られる酸素、窒素、炭素などの軽元素（ここではガス成分と総称する）を除く汚染物質元素の検出面積の和が、前記金属または合金材の単位面積当たり0.1%未満であることが必要であり、部材の汚染物質の量をこの程度にまで下げると、成膜時の基板上への汚染物質の堆積は著しく減少する。

【0024】パーティクル発生防止を行なう上で、上記の凹凸の中心線表面粗さ R_a が大きく影響するが、薄膜形成装置の内壁や部材への飛来物質を捕獲する上で、十分なアンカー効果を働かせるために、単位面積当たりの凹凸の個数および個々の凹凸の大きさ（径）を調整することも重要である。凹凸の個数でいうと、1個/ mm^2 未満では堆積物を固定する凹凸部の数が不足し、アンカー効果が十分に働かない。他方100000個/ mm^2 を超えると凹凸の間隔が狭くなり、上記のように表面粗さ R_a 5 μm 以上に粗化された面では凹部の底または凸部間にシャドウ（影）部ができ、飛来物質の堆積しない部分が生じて必然的にアンカー効果が弱まることになる。したがって、エッチング加工面に単位面積（1平方 mm ）当たり1～100000個の凹部または凸部が形成されていることが必要であり、この範囲に調整することが望ましい。

【0025】また、以上から十分なアンカー効果を働かせるために凹部の孔の平均径または凸部の平坦な頂部の面の平均径も必然的に制限を受ける。ここでいう「径」

10

20

30

40

50

はエッチング加工により形成された凹部の孔または凸部の平坦な頂部の差し渡しの平均の径をいう。より厳密に言うならば、凹部の場合は孔の入り口の最大直径部の平均径を意味し、凸部の場合にはエッチング加工によって残存する一般的にはほぼ平坦な頂部の面の平均径を意味する。また凹部の孔または凸部の平坦な頂部を上からみた形状すなわち平面形状は、円形、楕円形あるいは矩形など種々のものを選択できる。エッチング加工によっては意図する形状よりもやや変形したものも発生することがあるが、上記平均径の範囲にあるならばこれらの種々のものを包含する。なお、上記において同一の凹凸部で凹凸部を楕円とみなした場合の長軸径と短軸径との間に著しい差があるような凹凸の平面形状は、径の狭小な部分に非堆積箇所が生じたり不均一な堆積が生じたりして耐剥離強度に異方性が生じやすいので、なるべくこのような凹凸の平面形状は避ける必要がある。したがって、凹部の孔の径または凸部の平坦な頂部の面の径は均一な径のもの例えば円形や正方形などが望ましい。上記単位面積当たりの個数が規定されれば、これに伴い、前記個々の凹部の孔の平均径または凸部の平坦な頂部の面の平均径が3~1000 μ mであることが必要であり、この範囲に調整することが望ましい。上記の凹凸の個数の場合と同様に、凹凸部の個々の大きさが3 μ m未満では表面粗さRaを5 μ m以上とした場合に、粗化面の凹部では底に非堆積部が生じ、また粗化面の凸部では堆積膜を固定する突起部の強度が不足し十分なアンカー効果が働かないからである。

【0026】上記エッチング加工で凹凸の形成を述べたが、マスキングおよびエッチングにより、部材などの表面に凹部のみを形成した場合もあるいは凸部のみを形成

した場合も、飛来する物質を捕獲するアンカー効果は殆ど同じなので、必要に応じ凹凸は適宜選択できる。

【0027】

【実施例】スパッタリング装置内に、本発明の実施例である表1に示す各種の表面粗化を施した（凹凸を形成した）チタン製シールド（部材）を配置した。本実施例では凹凸の間隔を一定とし、規則的に凹凸を配列したものである。スパッタリングターゲットとしてチタンを用い窒素ガス雰囲気中でリアクティブ（反応性）スパッタリングを行い、基板に窒化チタン（TiN）の薄膜を形成した。前記チタン製シールドに約10 μ mのTiNが堆積した時点で、スパッタリングを終了し、スパッタリング装置からチタン製シールドを取出しスコッチテープによる剥離試験を行なった。なお、エッチング加工による凹凸の種類による差があるかどうかを確認するために、凹凸の種類を変えて同数の試験片を作成し、剥離試験に供した。なお、表1において凹凸のサイズとは、上記に説明した凹部の孔の平均径または凸部の平坦な頂部の面の平均径を示す。また同時に、基板に形成されたTiNの薄膜の前記チタン製シールドからくる表面粗化による汚染の有無をSIMS（二次イオン質量分析法）により分析した。なお、チタン製シールド（部材）については、予めEPMA分析によって得られる酸素、窒素、炭素などのガス成分を除く汚染物質元素の検出面積の和を測定した。なお、EPMA分析装置は、島津製作所製EPMA-8705を使用し、加速電圧：15KV、プローブ径：1 μ m、サンプルカレント：0.04 μ Aの測定条件で実施した。この結果を表1にまとめて示す。

【0028】

【表1】

	Ra (μm)	EPMA分析 (微区分析)	凹凸のサ イズ (径 μm)	凹凸の個数 (個/ mm^2)	剥離試験	SIMS 分析結果
実施例1	5	0.1% 精	5	36000	剥離なし	検出なし
実施例2	7	0.1% 精	50	360	剥離なし	検出なし
実施例3	10	0.1% 精	150	36	剥離なし	検出なし
実施例4	10	0.1% 精	250	8	剥離なし	検出なし
実施例5	30	0.1% 精	800	1	剥離なし	検出なし
実施例6	30	0.1% 精	5	20000	剥離なし	検出なし
実施例7	50	0.1% 精	50	200	剥離なし	検出なし
実施例8	50	0.1% 精	150	22	剥離なし	検出なし
実施例9	90	0.1% 精	250	8	剥離なし	検出なし
実施例10	90	0.1% 精	800	1	剥離なし	検出なし

【0029】

【比較例】比較例として表2に示す各種の表面粗化を施したチタン製シールド（部材）を配置し、同様の条件でスパッタリングにより基板に窒化チタン（TiN）の薄膜を形成するとともに、前記チタン製シールドに約10 μm のTiNが堆積した時点で、スパッタリングを終了し、スパッタリング装置からチタン製シールドを取出しスコッチテープによる剥離試験を行なった。また、実施例と同様に、基板に形成されたTiNの薄膜の前記チタン製シールドからくる表面粗化による汚染の有無をSIMS（二次イオン質量分析法）により分析した。チタン製シールド（部材）については、予めEPMA分析によって得られる酸素、窒素、炭素などのガス成分を除く汚

染物質元素の検出面積の和を測定した。なお、EPMA分析は実施例の場合と同様の条件で行なった。この結果を表2にまとめて示す。なお、この表2でエッチング加工により凹凸を形成していないもの、すなわち砥石研削あるいは溶射皮膜を形成したものについては、凹凸のサイズ（径 μm ）および凹凸の個数（個/ mm^2 ）を表示する替わりに、その旨を欄中（ ）内に記した。なお、ここで凹凸のサイズとは、表1の場合と同様に、上記に説明した凹部の孔の平均径または凸部の平坦な頂部の面の平均径を示す。

【0030】

【表2】

	Ra (μm)	EPMA分析 (検出限界%)	凹凸のサ イズ (径 μm)	凹凸の個数 (個/ mm^2)	剥離試験	SIMS 分析結果
比較例1	4	0.1 精	250	8	剥離	検出なし
比較例2	150	0.1 精	250	8	剥離	検出なし
比較例3	1	0.1 Si	(Si砥石研削)		剥離	Si検出
比較例4	2	0.05Si	(Si砥石研削とソフトエッチング)		剥離	検出なし
比較例5	5	2 Si	(SiCブラスト粗化)		剥離	Si検出
比較例6	20	100 Al	(Al溶射)		剥離なし	Al検出
比較例7	25	0.1 精	800	0.5	剥離	検出なし
比較例8	25	0.1 精	1100	0.7	剥離	検出なし
比較例9	5	0.1 精	2.5	120000	剥離	検出なし
比較例10	5	0.1 精	2	100000	剥離	検出なし

【0031】次に、上記本発明の実施例を比較例と対比して説明する。表1に示すように、実施例1～10においてチタン製シールド（部材）のEPMA分析によって得られる酸素、窒素、炭素などのガス成分を除く汚染物質元素の検出面積の和はいずれも0.1%未満であり、基板に形成されたTiNの薄膜の前記チタン製シールドからくる表面粗化による汚染の有無をSIMS（二次イオン質量分析法）により分析した結果、いずれも汚染物質元素は検出されなかった。他方、比較例3、5および6に示すように、チタン製シールド（部材）をSi砥石研削したもの、SiCブラスト表面粗化したものおよびAl溶射したものについては、それぞれEPMA分析によりその主要材料であるSiおよびAlが検出され、また基板においてもSIMS分析結果において、上記材料のSiおよびAlが検出され、スパッタリング後に同材料で汚染されていた。すなわち砥石研削、ブラスト表面粗化および溶射は基板を汚染し好ましくないことが分かる。なお、比較例4はSi砥石研削後ソフトエッチング処理をしているので、基板への汚染物質は検出されなかった。

【0032】次に剥離試験の結果であるが、実施例1～10はエッチング加工面の中心線表面粗さRaが5 μm

以上100 μm 未満であり、凹凸のサイズ（径 μm ）が3～1000、そして凹凸の個数（個/ mm^2 ）が1～100000の範囲にあるが、いずれも剥離は生じなかった。これに対し、比較例6を除く比較例1～10のいずれも剥離試験の結果、簡単に剥離を生じた。なお、比較例6は前述のように、Al溶射皮膜が汚染物質となるので、剥離を生じなくても使用できない。特に、比較例3および5は汚染物質が存在する上に、なお剥離し易く、悪い結果となっている。なお、本発明実施例において、エッチング加工による凹または凸の種類を変えて全て同数テストしたが、本発明の凹凸の条件にあれば、この凹凸の種類による剥離性に差がなかった。

【0033】以上の本発明の実施例においては比較例との対比からも明らかのように、粗面化のために従来施されていた薄膜形成装置の内壁や内部機器上のプラスト材あるいは溶射材に起因する汚染物質がなくなり、また上記のような部材に堆積する材料からの剥離やそれによる飛散が減るので、基板に形成された配線材料などの薄膜形成品におけるパーティクルの発生が著しく減少するという優れた効果があることが分かる。

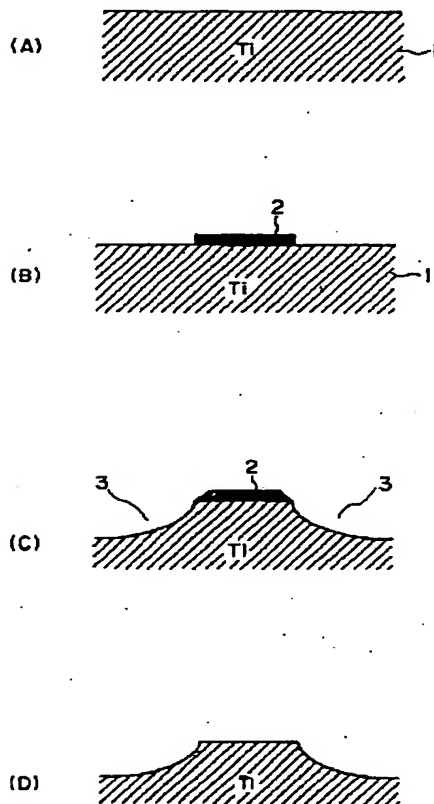
【0034】なお、本発明については主としてスパッタリング方法および装置について説明したが、この例に限

らず他のPVDあるいはCVDなどの薄膜形成方法および装置に適用することができる。また、本発明は上記の例に基づいて説明したが、あくまでこれは一例にすぎず本発明の要旨を逸脱しない範囲において種々変更し得るものである。そして、本発明はそれらを全て包含するものである。

【0035】

【発明の効果】 薄膜形成装置内部を汚染させることなく、薄膜形成装置の内壁や装置の内部にある機器部材表面に形成された堆積物の剥離を効果的に防止し、パーティクルの発生を抑制することができる優れた効果を有

【図1】



する。

【図面の簡単な説明】

【図1】 エッチング加工の一例を示す工程の概略説明図である。

【図2】 被処理材にエッチング加工により凹凸を形成した平面および断面の模式図である。

【符号の説明】

- 1 被処理材
- 2 レジスト材
- 3 エッチング加工部

【図2】

